

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Kasuhisa FUJISAWA, et al.

GAU:

SERIAL NO: New Application

EXAMINER:

FILED: Herewith

FOR: BINDER FOR POWDER METALLURGY, MIXED POWDER FOR POWDER METALLURGY AND
METHOD FOR PRODUCING SAME

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.

☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e): Application No. Date Filed

☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

COUNTRY

APPLICATION NUMBER

MONTH/DAY/YEAR

Japan

2003-051692

February 27, 2003

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

☒ are submitted herewith

☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

☐ were filed in prior application Serial No. filed

☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number

Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and

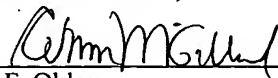
☐ (B) Application Serial No.(s)

☐ are submitted herewith

☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.


Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000
Fax. (703) 413-2220
(OSMMN 05/03)

C. Irvin McClelland
Registration Number 21,124

2816
08

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

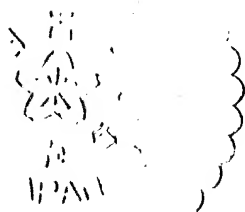
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 2 月 2 7 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 0 5 1 6 9 2
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 0 5 1 6 9 2]

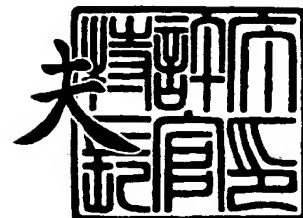
出 願 人 株式会社神戸製鋼所
Applicant(s):



2 0 0 4 年 1 月 2 2 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 0 1 7 7 9

【書類名】 特許願

【整理番号】 31377

【提出日】 平成15年 2月27日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B22F 1/00

【発明の名称】 粉末冶金用バインダー、粉末冶金用混合粉末およびその製造方法

【請求項の数】 7

【発明者】

【住所又は居所】 神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所
神戸総合技術研究所内

【氏名】 藤沢 和久

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号 株式会社神戸製鋼所 高砂製作所内

【氏名】 鈴木 浩則

【特許出願人】

【識別番号】 000001199

【氏名又は名称】 株式会社神戸製鋼所

【代理人】

【識別番号】 100067828

【弁理士】

【氏名又は名称】 小谷 悦司

【選任した代理人】

【識別番号】 100075409

【弁理士】

【氏名又は名称】 植木 久一

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012472

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0216719

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 粉末冶金用バインダー、粉末冶金用混合粉末およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 粉末冶金用原料粉末に配合して使用されるバインダーであって、前記バインダーは、常温液状のエポキシ樹脂と、アミノ基、メルカプト基およびカルボキシル基よりなる群から選択される少なくとも 1 種の官能基を有する硬化剤とを含むことを特徴とする粉末冶金用バインダー。

【請求項 2】 前記エポキシ樹脂の粘度は、15,000 mPa・s 以下/25℃である請求項 1 に記載の粉末冶金用バインダー。

【請求項 3】 前記エポキシ樹脂は、ビスフェノール A 型エポキシ樹脂又はビスフェノール F 型エポキシ樹脂である請求項 1 または 2 に記載の粉末冶金用バインダー。

【請求項 4】 前記硬化剤は、アミノ基を有する硬化剤である請求項 1～3 のいずれかに記載の粉末冶金用バインダー。

【請求項 5】 粉末冶金用原料粉末と請求項 1～4 のいずれかに記載のバインダーの硬化物とを含有する粉末冶金用混合粉末。

【請求項 6】 前記バインダー硬化物の含有量は、前記原料粉末 100 質量部に対して、0.01～0.5 質量部である請求項 5 に記載の粉末冶金用混合粉末。

【請求項 7】 粉末冶金用原料粉末に請求項 1～4 のいずれかに記載の粉末冶金用バインダーを加えて混合し、前記バインダーを硬化させることを特徴とする粉末冶金用混合粉末の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、鉄粉、銅粉末などの粉末冶金用原料粉末に好適に配合しうる粉末冶金用バインダー、および、粉末冶金用混合粉末、並びに、粉末冶金用混合粉末の製造方法に関するものである。

【 0 0 0 2 】**【従来の技術】**

粉末冶金用混合粉末は、一般に、鉄粉をベースとする金属粉末に、黒鉛、ニッケル、銅、モリブデンなどの合金用粉末を混合した後、さらにバインダーで処理して得られる。バインダー処理を行うことによって、金属粉末と黒鉛などの合金粉末との比重の違いによる成分偏析を防止し、さらには、黒鉛などの飛散を抑制することができる。

【 0 0 0 3 】

例えば、特許文献 1 には、酢酸ビニルホモポリマーやポリエステル樹脂などを溶剤に溶解した溶液タイプのバインダーを原料粉末に混合し、次いで溶剤を揮発除去するバインダー処理方法が開示され、特許文献 2 には、ステアリン酸亜鉛やワックスなどを原料粉末と熔融混合し冷却するバインダー処理方法などが開示されている。

【 0 0 0 4 】

【特許文献 1】 特許第 1 5 9 7 0 7 7 号公報

【特許文献 2】 特公平 6 - 8 9 3 6 4 号

【 0 0 0 5 】**【発明が解決しようとする課題】**

粉末冶金用原料粉末にバインダー処理を行って、バインダーの機能を十分に発揮させるためには、まずバインダー成分と原料粉末とを均一に混合する必要がある。このような観点から、バインダーとしては、低粘度の溶液タイプのバインダーが一般的に使用されているが、最終的な粉末冶金製品の物性に与える影響を最小限とするため、溶液タイプのバインダーの溶剤は、製造工程において、混合粉末から揮発させて除去されている。溶剤の揮発除去の容易性やバインダー基材樹脂の溶解性という点から、バインダーの溶剤としては、トルエンやアセトン等の溶剤が使用されている。しかしながら、これらの溶剤は、引火性が高く、粉末冶金用混合粉末の製造工程において火災などの危険が伴う。さらに、近年の環境問題へ対応するという観点からも、これらの溶剤の使用量を低減していくことも要望されている。

【0006】

また、粉末冶金用バインダーの性能が十分でない場合には、上述した成分偏析や黒鉛飛散の原因となるばかりでなく、得られる混合粉末の粉末特性にも悪影響を及ぼす場合がある。さらに、前記バインダーには、例えば、室温から200℃程度の温間成形の温度における耐熱性を有しながら、焼結の際には、容易に熱分解して、残渣を残さず良好な粉末冶金成形品を与えることが要求されている。

【0007】

本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、安全上の問題が少なく、黒鉛の飛散が抑制され、粉末特性に優れる粉末冶金用バインダー、および、これを用いた粉末冶金用混合粉末、並びに、その製造方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明の粉末冶金用バインダーは、粉末冶金用原料粉末に配合して使用されるバインダーであって、前記バインダーは、常温液状のエポキシ樹脂と、アミノ基、メルカプト基およびカルボキシル基よりなる群から選択される少なくとも1種の官能基を有する硬化剤とを含むことを特徴とする。常温液状のエポキシ樹脂をバインダーとして使用すれば、引火性などの溶剤を使用することなく、粉末冶金用原料粉末とバインダーとを均一に混合することができる。前記エポキシ樹脂の粘度は、15,000 mPa・s 以下/25℃であることが好ましい。前記粘度を15,000 mPa・s 以下とすることにより、前記原料粉末へのバインダーの分散性を一層高めることができるからである。前記エポキシ樹脂としては、例えば、ビスフェノールA型エポキシ樹脂又はビスフェノールF型エポキシ樹脂を好適に使用できる。また、前記硬化剤としては、アミノ基を有する硬化剤を好適に使用できる。

【0009】

本発明の粉末冶金用混合粉末は、粉末冶金用原料粉末と上述したバインダーの硬化物とを含有することを特徴とする。前記バインダー硬化物の含有量は、前記原料粉末100質量部に対して、0.01~0.5質量部であることが好ましい。

【0010】

また、本発明の粉末冶金用混合粉末の製造方法は、粉末冶金用原料粉末に上述した粉末冶金用バインダーを加えて混合し、前記バインダーを硬化させることを特徴とする。

【0011】

尚、本発明では、バインダーや潤滑剤などで処理されていない金属粉末と他の合金粉末との混合粉末を「粉末冶金用原料粉末（単に『原料粉末』という場合がある）」と称し、バインダーや潤滑剤などで処理した後の金属粉末と他の合金粉末との混合粉末を「粉末冶金用混合粉末（単に『混合粉末』という場合がある）」と称する。

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明の粉末冶金用バインダーは、粉末冶金用原料粉末に配合して使用されるバインダーであって、常温液状のエポキシ樹脂と、アミノ基、メルカプト基およびカルボキシル基よりなる群から選択される少なくとも1種の官能基を有する硬化剤とを含むことを特徴とする。

【0013】

まず、前記常温液状のエポキシ樹脂について説明する。常温液状のエポキシ樹脂とは、例えば、10～30℃の温度範囲で液状のエポキシ樹脂をいう。前記常温液状のエポキシ樹脂の25℃における粘度は、15,000 mPa・s以下であることが好ましい。25℃における粘度が15,000 mPa・sを超えると原料粉末と均一に混合することが難しくなる傾向がある。エポキシ樹脂の粘度は、例えば、B型粘度計を用いて、一定速度（回転数：20 rpm）でサンプル中でロータを回転させた時に発生するトルクをトルクセンサーで測定し、粘度を求めることができる。

【0014】

前記常温液状のエポキシ樹脂は、常温で液状であって、エポキシ基（グリシジル基）を少なくとも2以上含有するものであれば、特に限定されず、例えば、ビ

スフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールAD型エポキシ樹脂などのビスフェノール型エポキシ樹脂などを挙げることができる。ビスフェノール型エポキシ樹脂は、例えば、ビスフェノールA、ビスフェノールF、またはビスフェノールADなどのビスフェノールとエピクロロヒドリンとを反応させて得られるものであり、容易に入手することができ、粉末冶金用バインダー性能にも優れる。また、ビスフェノール型エポキシ樹脂としては、エポキシ当量が150～300 g/eqのもの、より好ましくは200～300 g/eqのものを好適に使用できる。

【0015】

上述したビスフェノール型エポキシ樹脂は、常温液状であるが、消防法上の危険物に該当せず、火災や臭気などの安全上・作業上の問題がない。このような観点からは、本発明では、常温液状のエポキシ樹脂として、上述したビスフェノール型エポキシ樹脂のみを使用することがより好ましい態様であるが、必要に応じて、以下に示すようなエポキシ化合物を反応性希釈剤として併用し、ビスフェノール型エポキシ樹脂の粘度を低粘度化することも好ましい態様である。上記反応性希釈剤は、例えば、常温液状のビスフェノール型エポキシ樹脂に添加して、該エポキシ樹脂の粘度を低粘度化するとともに、硬化剤との硬化時においては、該エポキシ樹脂とともに硬化されるものであり、トルエンやアセトンなどの一般の溶剤の様に揮発除去する必要がない点や引火性が低い点などで優れており、本発明において使用し得るものである。

【0016】

反応性希釈剤として使用できるエポキシ化合物としては、例えば、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ネオペンチルグリコール、1,6-ヘキサンジオールの片末端あるいは両末端にエポキシ基を導入したもの；トリメチロールプロパンのグリシジルエーテル化したもの；ポリグリセロールポリグリシジルエーテル；ソルビトールポリグリシジルエーテルなどが挙げられる。

【0017】

前記反応性希釈剤と常温液状のビスフェノール型エポキシ樹脂との配合比は、エポキシ樹脂の種類に応じて、適宜設定することができ、例えば、該ビスフェノ

ール型エポキシ樹脂の粘度を $5,000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以下、より好ましくは $1,000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以下程度に調製するように添加することが望ましい。

【0018】

本発明において、アミノ基、メルカプト基およびカルボキシル基よりなる群から選択される少なくとも1種の官能基を有する硬化剤は、エポキシ樹脂と同様に常温で液状であることが好ましい。原料粉末への分散性を向上するとともに、エポキシ樹脂との硬化反応を均一にするためである。

【0019】

前記アミノ基を有する硬化剤としては、例えば、ジエチレントリアミン、ジプロピレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ジメチルアミノプロピルアミン、ジエチルアミノプロピルアミン、ジブチルアミノプロピルアミン、ヘキサメチレンジアミン、N-アミノエチルピペラジン、ビスアミノプロピルピペラジン、トリメチルヘキサメチレンジアミンなどの脂肪族ポリアミン；3,3'-ジメチル-4,4'-ジアミノジシクロヘキシルメタン、3-アミノ-1-シクロヘキシルアミノプロパン、4,4'-ジアミノジシクロヘキシルメタン、イソホロンジアミン、1,3-ビス（アミノメチル）シクロヘキサン、N-ジメチルシクロヘキシルアミンなどの脂環式ポリアミン；3,9-ジプロパンアミン-2,4,8,10-テトラオキソスピロ[5,5]ウンデカン及びその変性体などの複素環式ジアミン；キシリレンジアミンなどの芳香族ポリアミン；液状のポリアミド樹脂；2塩基酸ダイマー酸とジエチレントリアミンなどのポリアミンとの反応物である変性ポリアミドなどを挙げることができる。また、前記アミノ基を有する硬化剤としては、1級アミンとケトンの縮合物であるケチミン化合物を使用してもよい。ケチミン化合物は、水分により1級アミンを再生し、硬化剤として作用することができる。

【0020】

前記メルカプト基を有する硬化剤としては、例えば、メルカプトエタノール、メルカプト酢酸などを挙げることができる。

【0021】

前記カルボキシル基を有する硬化剤としては、例えば、メチルテトラヒドロ無

水フタル酸、メチルエンドメチレンテトラヒドロ無水フタル酸、メチルヘキサヒドロ無水フタル酸、テトラメチレン無水マレイン酸などのカルボキシル基を有する化合物の酸無水物を使用することが好ましい。

【0022】

本発明では、上記硬化剤の中でもアミノ基を有する硬化剤を使用することが好ましく、アミノ基を有する硬化剤としては、3, 9-ジプロパンアミン-2, 4, 8, 10-テトラオキソスピロ[5, 5]ウンデカン及びその変性体などの複素環式ジアミンを使用することが好ましい。アミノ基は、エポキシ樹脂のエポキシ基との反応性が高く、常温液状のエポキシ樹脂との硬化反応が容易になるからである。

【0023】

上記エポキシ樹脂と硬化剤の配合比は、特に限定されないが、例えば、エポキシ樹脂のエポキシ基／硬化剤の官能基のモル比で1:0.9~1:1.1であることが好ましく、より好ましくは、エポキシ樹脂のエポキシ基／硬化剤の官能基のモル比を1:1とする。エポキシ樹脂あるいは硬化剤の一方が過剰になると、硬化が不十分となり十分なバインダー性能が得られないからである。

【0024】

本発明の粉末冶金用バインダーは、上記エポキシ樹脂および硬化剤の他に必要に応じて、潤滑剤を含有していてもよい。前記潤滑剤としては、特に限定されるものではないが、金属石鹸、ステアリン酸リチウム、脂肪酸アミド、炭化水素系ワックス、架橋（メタ）アクリル酸アルキルエステル樹脂などを挙げることができる。

【0025】

本発明の粉末冶金用混合粉末は、粉末冶金用原料粉末と上述した本発明のバインダーの硬化物とを含有する。前記粉末冶金用原料粉末とは、例えば、鉄を主成分とする金属粉末、および、必要に応じて他の合金用粉末を含むものであれば、特に限定されない。鉄を主成分とする金属粉末には、例えば、アトマイズ鉄粉または還元鉄粉などの純鉄粉や、予め他の元素と合金化した部分合金化粉や完全合金化粉などが挙げられる。

【0026】

鉄を主成分とする金属粉末に混合する他の合金粉末も、所望の物性に応じて適宜選択することができ、例えば、銅、ニッケル、クロム、モリブデンなどの合金元素や、黒鉛や硫化マンガンなどの無機成分の粉末などが挙げられる。このような合金粉末は、鉄を主成分とする金属粉末100質量部に対して5質量部以下、より好ましくは3質量部以下使用することが好ましい。5質量部を超えると、成形体強度を低下させるなどの悪影響が生じる場合があるからである。一方、所望の物性を得るという観点から、他の合金粉末の添加量は、0.2質量部以上であることが好ましい。

【0027】

前記バインダーの硬化物は、上述したバインダーを硬化させることにより得られるものであれば特に限定されず、例えば、上述したバインダーと原料粉末とを混合して、硬化させることにより、鉄粉を主成分とする金属粉末や合金粉末（黒鉛）などの表面に存在し、両者を固着して成分の偏析や黒鉛の飛散などを抑制する。

【0028】

前記バインダー硬化物の含有量は、特に限定されるものではないが、粉末冶金用原料粉末100質量部に対して、0.01質量部以上、好ましくは0.03質量部以上、0.5質量部以下、より好ましくは0.2質量部以下であることが好ましい。0.01質量部未満では、十分なバインダー性能が得られないために合金成分の偏析が生じたり、黒鉛が飛散しやすくなるからである。また、0.5質量部超では、得られる混合粉末の粉末特性が低下するからである。尚、本発明の粉末冶金用混合粉末は、さらに、潤滑剤などを含んでいてもよい。前記潤滑剤としては、上述したのと同じものを挙げることができる。

【0029】

本発明の粉末冶金用混合粉末の製造方法は、上述した原料粉末に本発明のバインダーを加えて混合し、前記バインダーを硬化させることを特徴とする。前記バインダーと原料粉末とを混合する方法は特に限定されないが、例えば、上述したエポキシ樹脂と硬化剤とを混合してバインダーを調製し、得られたバインダーを

原料粉末に加えて混合する態様、バインダー成分のエポキシ樹脂或いは硬化剤の内、一方を原料粉末に加えて混合し、次いで、他方を原料粉末に加えて混合する態様などが挙げられる。また、前記混合は、例えば、ミキサー、ハイスピードミキサー、ナウターミキサー、V型混合機、ダブルコーンブレンダーなどの混合装置を用いて、原料粉末とバインダーとを撈拌することにより行うことが好ましい。

【0030】

さらに、バインダーの原料粉末への分散性を向上するために、エポキシ樹脂および硬化剤の一方、或いは、両方を加温して、エポキシ樹脂あるいは硬化剤の粘度を、 $5,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下、より好ましくは $1,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下に調整しておくことも好ましい態様である。

【0031】

バインダーと原料粉末との混合温度は、特に限定されないが、例えば、 $10^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$ である。混合温度を 10°C 以上とすることによって、常温液状のエポキシ樹脂を低粘度化して原料粉末への分散性を向上させるとともに、混合中に該エポキシ樹脂を硬化させることができる。また、上記混合温度の上限は、特に限定されるものではないが、加熱設備の簡便性から 80°C 以下としておくことが好ましい。

【0032】

本発明の製法では、上記原料粉末とバインダーとを加熱しながら混合し、前記バインダーの硬化を促進することも好ましい態様である。前記バインダーを加熱・硬化させる温度は、例えば、 30°C 以上、より好ましくは 40°C 以上であって、 80°C 以下、より好ましくは 60°C 以下であることが望ましい。また、前記加熱の際には、原料粉末とバインダーとを撈拌しながら加熱することが好ましい態様である。

【0033】

【実施例】

以下、本発明を実施例によって、具体的に説明するが、本発明は、下記実施例によって限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲の変更、実施

の態様は、いずれも本発明の範囲内に含まれる。

[粉末冶金用混合粉末の評価方法]

①黒鉛飛散率 (%)

図1に示すように、ニュークリポアフィルター1 (網目 $12\mu\text{m}$) を取付けた漏斗状ガラス管2 (内径: 16mm 、高さ: 106mm) に、試料粉末P (25g) を入れて、下方から N_2 ガスを 0.8 リットル/分の速度で 20 分間流し、次式より黒鉛飛散率 (%) を求めた。

【0034】

黒鉛飛散率 (%) = $[1 - (\text{N}_2\text{ガス流通後の試料粉末の黒鉛量 (g)} / \text{N}_2\text{ガス流通前の試料粉末の黒鉛量 (g)})] \times 100$

尚、試料粉末の黒鉛量は、試料粉末の炭素分を定量分析することにより求めた。

②流動性 (sec / 50g)

JIS Z 2502 (金属粉の流動度試験法) に準じ、 $2.63\text{mm}\phi$ のオリフィスを 50g の混合粉末が流れ出るまでの時間を混合粉末の流動性 (sec / 50g) とした。

③限界流出径

内径 $11.4\text{mm}\phi$ で高さが 150mm の円筒状で、底に排出径を変えることができる排出孔を設けた容器に、 2kg の混合粉末を入れ、 10 分間保持した後、混合粉末を排出できる最小径を限界流出径とした。限界流出径が小さいほど、流動性に優れる。

④圧粉体密度 (g / cm^3)

圧力: $5\text{t} / \text{cm}^2$ (490.3MPa)、成形温度: 25°C (常温成形) 及び 130°C (温間成形)、直径: 11.3mm 、高さ: 10mm の成形体を作製し、JSPM標準1-64 (金属粉の圧縮性試験法) に準じて測定した。

⑤抜出圧 (MPa)

圧粉体密度を測定する際に、成形体を金型から抜き出す際の力を、金型と圧粉体 (成形体) との接触面積で除した値 (MPa) を示した。

[粉末冶金用バインダーの調製]

バインダー 1

ビスフェノール A 型エポキシ樹脂（ジャパンエポキシレジン社製エピコート 828 : 12, 000 mPa · s / 25℃）100 質量部と複素環式アミン硬化剤（ジャパンエポキシレジン社製 B001 : 3, 9-ジプロパンアミン-2, 4, 8, 10-テトラオキソスピロ [5, 5] ウンデカン）50 質量部を使用前に混合して調製した。

【0035】

バインダー 2

ビスフェノール F 型エポキシ樹脂（ジャパンエポキシレジン社製エピコート 807 : 6, 000 mPa · s / 25℃）100 質量部と複素環式アミン硬化剤（ジャパンエポキシレジン社製 B001）50 質量部を使用前に混合して調製した。

バインダー 3

ビスフェノール A 型エポキシ樹脂を反応性希釈剤で希釈したタイプ（ジャパンエポキシレジン社製エピコート 801 : 4, 000 mPa · s / 25℃）100 質量部と複素環式アミン硬化剤（ジャパンエポキシレジン社製 B001）50 質量部を使用前に混合して調製した。

【0036】

バインダー 4

無水マレイン酸と無水フタル酸、エチレングリコールからなる不飽和ポリエステル樹脂 100 質量部にスチレン 30 質量部とジメチルアニリン 1 質量部を混合し、開始剤としてベンゾイルパーオキサイド 2 質量部を使用直前に混合して調製した。

【0037】

バインダー 5

スチレンブタジエンゴム（JSR 社製：品名 PR2000C）をトルエンに溶解して、8 質量%のトルエン溶液を調製した。

【0038】

バインダー 6

ロジンエステル（荒川化学社製ペンセルKK）をトルエンに溶解して、8質量%のトルエン溶液を調製した。

〔粉末冶金用混合粉末の調製〕

純鉄粉（（株）神戸製鋼所：商品名「アトメル300M」）100質量部、市販されている銅粉末2質量部、および、黒鉛粉末0.8質量部とを、羽付きミキサーによって高速攪拌をしつつ、上記バインダー1～6を0.1質量部（固形分）添加し、約5分間強攪拌して混合した後、緩やかな攪拌に切り替えて、さらに50℃に加熱して20分間攪拌して、粉末冶金用混合粉末1～6を得た。ミキサーの回転数の時間変化パターンを図2に示した。尚、混合粉末5及び6においては、50℃20分間の加熱攪拌時に、減圧して混合粉末からトルエンを除去した。

【0039】

得られた混合粉末1～6を1日放置後、一部をサンプリングして、黒鉛飛散率を測定した。その後、前記混合粉末1～6に潤滑剤を添加して、常温成形用の混合粉末、および、温間成形用混合粉末をそれぞれ調製し、粉末特性（流動度、圧粉密度、抜き圧等）の測定用試料とした。常温成形用混合粉末の場合は、潤滑剤としてエチレンビスステアリルアミドを純鉄粉100質量部に対して、0.8質量部となるように添加し、温間成形用混合粉末の場合は、潤滑剤として、エチレンビスステアリルアミド、ステアリン酸リチウムをそれぞれ、純鉄粉に対して0.3質量部ずつ添加した。粉末特性（冷間及び温間）の測定結果を表1に示した。

【0040】

【表1】

混合粉末	1	2	3	4	5	6
バインダーの種類	バインダー1 エポキシ樹脂 硬化剤	バインダー2 エポキシ樹脂 硬化剤	バインダー3 エポキシ樹脂 硬化剤	バインダー4 不飽和 ポリエステル	バインダー5 スチレンブタ ジエンゴム	バインダー6 ロジン エステル
黒鉛飛散率(%)	8	6	8	6	1	0
流動度(sec/50g)	-	-	-	-	-	-
25°C	25.3	25.3	26.9	25.1	24.3	23.9
130°C	25.1	25.1	25.9	24.7	31.8	30.9
抜出圧(MPa)	-	-	-	-	-	-
25°C	7.8	7.9	8.1	7.9	8.5	7.9
130°C	7.9	9.2	9.4	9.9	19.5	18.9
圧粉密度(g/cm ³)	-	-	-	-	-	-
25°C	7.20	7.20	7.21	7.20	7.19	7.21
130°C	7.35	7.37	7.38	7.38	7.36	7.34
限界流出径(mm)	12.5	10	15	20	25	22.5
安全性・作業性	良好	良好	良好	臭気あり	引火性あり	引火性あり
備考	実施例	実施例	実施例	参考例	参考例	参考例

【0041】

混合粉末1、2は、常温液状のエポキシ樹脂とアミノ基を有する硬化剤を含むバインダー1、2を使用した場合であり、混合粉末3は、反応性希釈剤で希釈さ

れた常温液状のエポキシ樹脂とアミノ基を有する硬化剤とを含むバインダー 3 を使用した場合であり、混合粉末 4～6 はそれぞれ、不飽和ポリエステル、スチレンブタジエンゴム、ロジンエステルを含むバインダー 4～6 を使用した場合である。

【0042】

バインダー 4 は、スチレンを使用しているために、臭気・引火性などの安全性・作業性上の問題があり、バインダー 5, 6 ではトルエンを使用しているために、引火性が高く安全上の問題があった。一方、本発明のバインダー 1～3 は、引火性が低く、臭気の問題もない常温液状のエポキシ樹脂を使用しているため、安全性・作業性上の問題もなかった。特に、バインダー 1 及び 2 は、消防法上の危険物にも該当しなかった。

【0043】

本発明の混合粉末 1～3 は、混合粉末 4～6 に比べて、粉末特性（流動度、抜出圧、圧粉密度、限界流出径）に優れていることが分かる。特に、混合粉末 1、2 の 130℃における流動度及び抜出圧は、混合粉末 5、6 に比べて優れており、温間特性に優れた混合粉末が得られていることが分かる。また、混合粉末 1～3 の限界流出径は、10～15mm であり、混合粉末 4～6 の限界流出径 20～25mm と比べて著しく小さくなっていることが分かる。この結果より、混合粉末 1～3 の流動性が混合粉末 4～6 に比べて優れていることが分かる。

【0044】

尚、混合粉末 1～3 の黒鉛飛散率が 6～8% であり、混合粉末 4～6 の黒鉛飛散率に比べてやや高めになっているが、黒鉛飛散率が 10% 未満であれば、特に問題とはならないレベルである。

【0045】

【発明の効果】

本発明によれば、引火性の高い溶剤や臭気の強い希釈剤を使用することがなく、安全性や作業性上の問題が少ない。また、黒鉛などの飛散を効果的に防止でき、粉末特性、特に、温間での粉末特性に優れた粉末冶金用混合粉末が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 黒鉛飛散率の測定装置の概略断面図である。

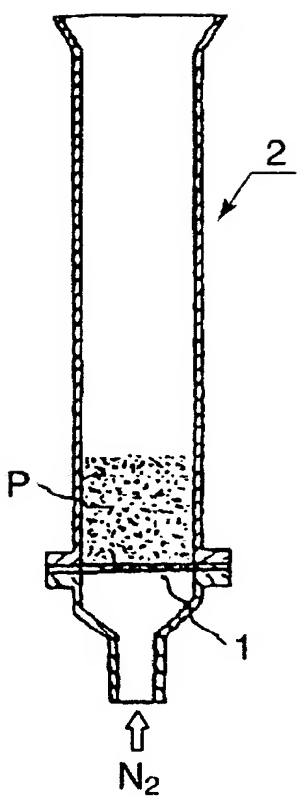
【図 2】 本発明の製法を例示するフロー図である。

【符号の説明】

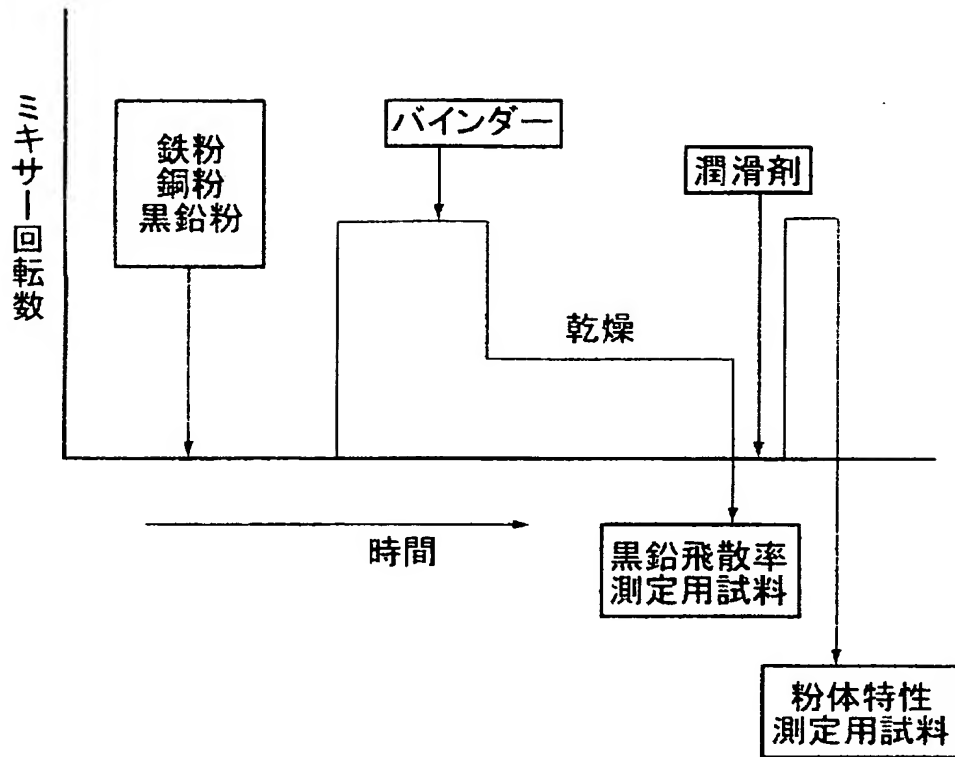
1：ニュークリポアフィルター、2：漏斗状ガラス管、P：試料粉末

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 作業性や安全性上の問題が少なく、黒鉛の飛散や粉末特性に優れる粉末冶金用バインダー、および、これを用いた粉末冶金用混合粉末、並びに、その製造方法を提供することを目的とする。

【解決手段】 本発明は、粉末冶金用バインダーとして、常温液状のエポキシ樹脂と、アミノ基、メルカプト基およびカルボキシル基よりなる群から選択される少なくとも1種の官能基を有する硬化剤とを含むバインダーを使用するところに要旨がある。

特願 2003-051692

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000001199]

1. 変更年月日

2002年 3月 6日

[変更理由]

住所変更

住 所

兵庫県神戸市中央区脇浜町二丁目10番26号

氏 名

株式会社神戸製鋼所